

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
27. Mai 2004 (27.05.2004)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2004/043880 A3

(51) Internationale Patentklassifikation⁷: C07H 7/027

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2003/012458

(22) Internationales Anmeldedatum:
7. November 2003 (07.11.2003)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:
102 52 659.1 11. November 2002 (11.11.2002) DE

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme
von US): BASF AKTIENGESSELLSCHAFT [DE/DE];
67056 Ludwigshafen (DE).

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): DOMSCHKE,
Thomas [DE/DE]; Franz-Stützel-Str.46, 67346 Speyer
(DE). MERGER, Martin [DE/DE]; Schiesshausstr.
28, 67061 Ludwigshafen (DE). GROBMANN, Georg
[DE/DE]; Gudrunweg 8, 68199 Mannheim (DE). FAUST,
Tillmann [DE/DE]; Parkweg 4, 67256 Weisenheim (DE).

(74) Gemeinsamer Vertreter: BASF AKTIENGE-
SELLSCHAFT; 67056 LUDWIGSHAFEN (DE).

(81) Bestimmungsstaaten (national): AE, AG, AL, AM, AT,
AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR,
CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD,
GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR,
KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN,
MW, MX, MZ, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU,
SC, SD, SE, SG, SK, SL, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA,
UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(84) Bestimmungsstaaten (regional): ARIPO Patent (BW, GH,
GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW),
eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ,
TM), europäisches Patent (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE,
DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL,
PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI Patent (BF, BJ, CF, CG,
CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht:

- mit internationalem Recherchenbericht
- vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche geltenden
Frist; Veröffentlichung wird wiederholt, falls Änderungen
eintreffen

(88) Veröffentlichungsdatum des internationalen
Recherchenberichts: 29. Juli 2004

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Ab-
kürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Co-
des and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der
PCT-Gazette verwiesen.

(54) Title: METHOD FOR THE PRODUCTION OF 2-KETO-L-GULONIC ACID-C₄-C₁₀ ALKYL ESTERS

(54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON 2-KETO-L-GULONSÄURE-C₄-C₁₀-ALKYLESTERN

(57) Abstract: The invention relates to a method for producing 2-keto-L-gulonic acid-C₄-C₁₀ alkyl ester by esterifying 2-keto-L-gulonic acid (KGS) with an unsaturated, branched or unbranched C₄-C₁₀ alcohol. The inventive method is characterized by the fact that an aqueous KGS solution is reacted with a C₄-C₁₀ alcohol up to an esterification degree of 20 to 70 percent in a pre-esterification process carried out under acidic catalysis conditions; and the obtained product is dehydrogenated with an unsaturated, branched or unbranched C₄-C₁₀ alcohol in a continuous rectification device, whereby the esterification reaction continues, n-butanol preferably being used as the alkyl alcohol. In a preferred embodiment, the aqueous KGS solution is concentrated up to or beyond the limit of solubility prior to the esterification process, preferably by catalyzing a homogeneous or heterogeneous catalyst, especially sulfonic acid, at temperatures of 50 to 120 °C. In another embodiment, the produced KGS ester is reacted in one or several additional steps so as to obtain L-ascorbic acid.

(57) Zusammenfassung: Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von 2-Keto-L-gulonsäure-C₄-C₁₀-alkylester durch Veresterung von 2-Keto-L-gulonsäure (KGS) mit einem ungesättigten, verzweigten oder unverzweigten C₄-C₁₀-Alkohol, dadurch gekennzeichnet, dass in einer Vorveresterung eine wässrige KGS-Lösung mit einem C₄-C₁₀-Alkohol unter saurer Katalyse bis zu einem Veresterungsgrad von 20 % bis 70 % umgesetzt wird; und das Produkt in einem kontinuierlichen Rektifikationsapparat mit einem ungesättigten, verzweigten oder unverzweigten C₄-C₁₀-Alkohol entwässert wird wodurch die Veresterungsreaktion fortschreitet. Vorzugsweise ist der Alkylalkohol n-Butanol. In einer bevorzugten Ausführungsform wird die wässrige KGS-Lösung bis zur Löslichkeitsgrenze oder darüber hinaus vor der Veresterung aufkonzentriert, vorzugsweise unter Katalyse eines homogenen oder heterogenen Katalysators, insbesondere Schwefelsäure, und bei Temperaturen von 50 °C bis 120 °C. In einer weiteren Ausführungsform wird in einem oder mehreren weiteren Schritten der hergestellte KGS-Ester zu L-Ascorbinsäure umgesetzt.

WO 2004/043880 A3